

В аналитических журналах**СИСТЕМАТИЗИРОВАННОЕ СОДЕРЖАНИЕ "ЖУРНАЛА
АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ" (ЖАХ) ЗА I-II КВАРТАЛ 1999 г.
(Т.54, N. 1-6)**

А.А.Пупышев, С.А.Обогрелова

Уральский государственный технический университет (УГТУ-УПИ)

620002, Екатеринбург, Мира, 19

Пупышев Александр Алексеевич – доктор химических наук, профессор кафедры "Физико-химические методы анализа" Уральского государственного технического университета.

Область научных интересов: методы атомной спектрометрии, исследование термохимических процессов в спектральных источниках, элементный и структурный анализ.

Автор более 180 печатных работ.

Обогрелова Светлана Александровна - инженер кафедры физико-химических методов анализа Уральского государственного технического университета. В 1993 г. закончила данную кафедру, специализация: инженер-аналитик.

Имеет опубликованную статью.

Все статьи журнала систематизированы, как и в предыдущих аннотированных обзорах, по основным представленным направлениям. Для облегчения поиска информации всем направлениям присвоен порядковый номер:

1. Общие вопросы аналитической химии;
2. Теоретические основы методов анализа;
3. Метрология и стандартизация анализа;
4. Математизация, автоматизация и использование ЭВМ;
5. Пробоподготовка;
6. Методы разделения и концентрирования;
7. Титриметрия;
8. Электрохимические методы анализа;
9. Кинетические методы анализа;
10. Хроматографические методы анализа;
11. Масс-спектральный метод анализа;
12. Ядерно-физические методы анализа;
13. Рентгеноспектральные методы анализа;
14. Методы атомной спектрометрии;
15. Метод молекулярной спектрофотометрии;
16. Люминесцентные методы анализа;
17. Радиоаналитические методы анализа;
18. Тест-методы;
19. Проточно-инжекционный метод анализа;
20. Аналитические приборы;

21. Сенсоры.
22. Анализ объектов окружающей среды;
23. Анализ минерального сырья;
24. Анализ продуктов металлургического производства;
25. Анализ неорганических соединений;
26. Анализ особоличистых веществ;
27. Определение благородных металлов;
28. Анализ органических соединений;
29. Анализ биологических и медицинских объектов, фармацевтических препаратов;
30. Анализ пищевых продуктов и кормов;
31. Анализ специальных объектов.

При рассмотрении конкретных публикаций, обычно относящихся к нескольким направлениям, указаны (в скобках) эти дополнительные направления и шрифтом выделены ключевые слова.

С №4 по №6 журнал, из-за отсутствия его русскоязычной версии у подписчиков, прореферирован по аннотациям статей, представленных на странице INTERNET <http://www.maik.rssi.ru> для англоязычной версии. Поэтому в описаниях статей конкретные страницы не указаны. По указанному адресу заинтересовавшую Вас статью можно заказать в редакции в русскоязычной или

англоязычной версии с пересылкой по e-mail.

1. ОБЩИЕ ВОПРОСЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

(15) Синтезирован ряд **1-алкил-2-бензимидазолилальдоксимов**; полуэмпирическим методом **квантовой химии РМЗ** рассчитана **полная энергия возможных конформеров** и определены наиболее **энергетически выгодные структуры лигандов**. Изучено равновесие **комплексобразования альдоксимов с Ni (II), Co (II)**; предложен способ **расчета констант устойчивости хелатов MHL^{2+} и MLN_2^+** . Определены аналитические характеристики комплексов и их ионных ассоциатов с эозином (*Исследование равновесий комплексобразования 1-алкил-2-бензимидазолилальдоксимов с ионами никеля (II) и кобальта (II) и их применение в аналитической химии / Черновьянц М.С., Куглеватская Н.В., Щербаков И.Н. и др. // ЖАХ. № 2. С.136-140.*).

(15) На основе **представлений нечеткой логики**, способной работать с **качественной лингвистической смысловой информацией о химико-аналитических системах**, разработан и реализован **алгоритм автоматизированного выбора реагента для спектрофотометрического определения элемента**. На конкретном примере показано, каким образом лингвистические переменные могут быть преобразованы во множество функций принадлежности, выполнение предписанных логических действий над которыми с помощью компьютера позволяет **химику-аналитику** придти к умозаключению о целесообразности выбора каждого конкретного реагента, внесенного в базу данных. Для упрощения аргументации принятия решения предложено использовать оценки **степени истинности составного нечеткого высказывания** формула которого составляется на основе правил нечеткой математической логики. Для реализации алгоритма разработана программа на языке Турбо Паскаль (*Кузнецов В.В., Решетникова В.Н. Алгоритмы нечеткой логики и проблема выбора реагента в спектрофотометрии // ЖАХ. № 3. С.230-236.*).

3. МЕТРОЛОГИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ АНАЛИЗА

(13) Для определения в **стекловидном веществе** примесных элементов **Ba, Sr, Sc**, содержание которых изменяется в среднем от 0,03 до 7%, изготовлен **комплект образцов из 22 базальтовых стекол**. Стекла проверены на **однородность**

и **устойчивость** под воздействием зонда, **аттестованы**. **Метрологические характеристики стандартных образцов** состава установлены в соответствии с ГОСТ 8.532-85. Образцы стекол использованы для разработки методики определения бария, стронция и скандия в стекловидном веществе на уровне от 7% (при s_r равном в среднем 0,03 для всех элементов) до 0,03% для Ba ($s_r=0,36$); 0,05% для Sr ($s_r=0,59$) и 0,01 % для Sc ($s_r=0,69$) (*Парадина Л.Ф., Павлова Л.А. Микрозондовое определение примесей бария, стронция и скандия в стекловидном веществе // ЖАХ. № 1. С. 78-82.*).

(14,23) Методом **атомно-эмиссионной спектрометрии** определено содержание **B, Sn, Mo, Ge, Ti, W и Ag** в сериях **стандартных образцов горных пород, почв и рыхлых отложений**, рекомендованных для оптимизации методов анализа по программе **Глобального геохимического картирования**. Проанализирован ряд образцов (серий IGGS: **GSR, GSD, GSS, Китай**) и отечественных стандартных образцов, подготовленных Институтом Геохимии СО РАН (серии IGI: **СДУ-1, СТ-2, СГД-2, СКД-1, ССВ-1, СГ-1а, БИЛ-1, Бил-2**), а также совместно Институтом геохимии СО РАН и Институтом прикладной физики при ИГУ (серии IGI и RiAp: **СГХ-1,3,5; СГХМ-1,2,3,4; СГ-3**). Регрессионный анализ показал хорошую согласованность аттестованных и найденных содержаний исследуемых элементов в стандартных образцах всех изученных серий. Это позволяет рекомендовать серии отечественных стандартных образцов в качестве **вторичных образцов природных сред** для обеспечения достоверности аналитических данных при глобальном геохимическом картировании. Для стандартных образцов, содержащих предварительные (оценочные) данные по ряду элементов либо не содержащих даже оценочных характеристик, приведены результаты, полученные при единых условиях анализа с аттестованными стандартными образцами (*Кузнецова А.И., Чумакова Л.Н., Петров Л.Л. Атомно-эмиссионное определение бора, германия, молибдена, серебра, олова, таллия и вольфрама в стандартных образцах, рекомендованных для контроля аналитических данных при глобальном геохимическом картировании // ЖАХ. № 2. С.205-210.*).

5. ПРОБОПОДГОТОВКА

(14,28) Проведены **физико-химические исследования карбонизированных органических материалов**. Использовались ЭПР-спектро-

скопия, термический анализ, электронная спектроскопия, анализ гранулометрического состава и атомно-абсорбционная спектроскопия. Предложенная процедура **термической обработки образцов** при 450 – 500°C приводит к глубоким изменениям **углеродной матрицы** дает наименьшие размеры частиц, унифицирует состав исследуемых материалов и значительно уменьшает время подготовки образца. Проведено электротермическое атомно-абсорбционное определение **Co, Cd и Cr** в рекомендуемых стандартных образцах состава с высоким содержанием органической матрицы. Остаток, наблюдаемый после стадии карбонизации, вносился в атомизатор в виде водной суспензии (Бурылин М.Ю., Темердашев З.А. *Физико-химические исследования карбонизированных органических образцов для атомно-абсорбционного определения тяжелых металлов* // ЖАХ. № 4).

(28) Рассмотрены причины ускорения **окисления органических веществ кислотами** при **микроволновом облучении**. Для определения кажущейся **энергии активации (E_a)** был использован **динамический метод** (при условии непрерывно возрастающей температуры). Значения E_a для окисления ряда органических соединений различных классов были вычислены из экспериментальных данных с использованием **уравнения Аррениуса**. Равновесные значения E_a наблюдаемые для окисления аминокислот при условиях обычного и микроволнового нагрева, показали идентичность механизмов окисления. Изменение кинетических характеристик во втором случае, возможно, определяется частотой и эффективностью столкновений взаимодействующих частиц; это явление прямо связано с действием микроволнового излучения. Найдено, что условия, требуемые для разложения органических матриц, могут быть предсказаны из данных об условиях разложения для индивидуальных моделей состава (*Микроволновое окисление органических соединений азотной кислотой* / Кубракова И.В., Формановский А.А., Кудинова Т.Ф. и др. // ЖАХ. № 5).

(30) Приведены литературные данные об **интенсификации пробоподготовки** при анализе **пищевых продуктов**. Наибольший выигрыш во времени для **водорастворимых пищевых продуктов** дает исключение операции **минерализации**, а для **водонерастворимых** – интенсификация минерализации под воздействием **микроволнового облучения или ультразвука** (Чми-

ленко Ф.А., Бакланов А.Н. *Интенсификация пробоподготовки при определении элементов-примесей в пищевых продуктах* // ЖАХ. № 1. С.6-16).

(27) Предложен подход к определению **металлов платиновой группы в углеродистых породах**, учитывающий многообразие форм существования в них этих металлов. Необходимым условием правильности анализа является полное **разложение** углеродистой части породы. Для разложения пробы и удаления углерода на начальной стадии анализа использован **отжиг проб в атмосфере кислорода** при 600 – 700°C (*Определение платины, палладия и родия в углеродистых породах* / Бельский Н.К., Очертянова Л.И., Мустяца В.Н. и др. // ЖАХ. № 1. С.95-100).

6. МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

(19,22) Предложен новый метод **экстракционного предварительного концентрирования** для **проточного анализа**. Предварительное концентрирование проводилось на **экстракционной хроматографической колонке**; концентрат вымывался с экстрагентом и затем отделялся от жидкой фазы с использованием **хроматомембранной ячейки**. Возможности представленного метода были показаны с использованием **проточно-инжекционного** определения **нефтепродуктов в природной воде** (*Экстракционно-хроматографическое предварительное концентрирование с хроматомембранным отделением экстракта от жидкой фазы в проточном анализе: определение нефтепродуктов в природной воде* / Москвин А.Л., Москвин Л.Н., Мозжухин А.В. и др. // ЖАХ. № 4).

(14,10,30) Разработана методика для off-line и on-line определения **Cd, Pb и Cu** в **молочных продуктах** методом **сорбционно-атомно-абсорбционной спектроскопии** с использованием **концентрационных картриджей** и **микроколонок**. В качестве сорбента использовался **химически модифицированный кремний с иминодиуксусными кислотными группами**. Были выбраны условия для концентрирования металлов, объемы растворов и скорости их потоков. В случае потока через микроколону была значительно сокращена продолжительность анализа, включая подготовку образца. Вариант с потоком позволяет быстро определять металлы при уровнях концентрации ниже ПДК с хорошей точностью ($s_r=3-6\%$) (*Тихомирова Т.И., Шепелева Е.Н., Фадеева В.И. Сорбционно-атомно-абсорбционное*

определение токсичных металлов в молочных продуктах // ЖАХ. № 4).

(8,28) Изучено **предварительное концентрирование и вольтамперометрическое поведение органических нитросоединений на угольных пастовых электродах, модифицированных стационарными хроматографическими фазами**. Показано, что орто- и параизомеры нитрофенола, нитроанилина и нитробензойной кислоты могут быть определены выборочно (Майстеренко В.Н., Сапельникова С.В., Кудашева Ф.Х. *Предварительное концентрирование и вольтамперометрическое определение нитросоединений на угольных пастовых электродах, модифицированных стационарными хроматографическими фазами* // ЖАХ. № 5).

(28) Изучены некоторые закономерности в **экстракции дигидроксобензолов толуоловыми растворами органических оксидов**. При комплексовании дигидроксобензолов с оксидами триоктилфосфина и триоктиламина было найдено, что **пирокатехин и резорцинол** эстрагируются из водных растворов в отношении 1:1, тогда как **гидрохинон** образует комплексы 1:2. Рассчитаны **константы экстракции и стабильности комплексов**. Разработан метод для определения дигидроксобензолов с использованием экстракционного предварительного концентрирования растворами толуола оксидов триоктилфосфина и триоктиламина (Коренман Я.И., Лишицкая Р.П., Калач А.В. *Экстракционное предварительное концентрирование с оксидами триоктилфосфина и триоктиламина в определении дигидроксibenзолов* // ЖАХ. № 5).

7. ТИТРИМЕТРИЯ

(3) Исследовано влияние **погрешностей измерения потенциала и дозирования объема титранта на точность комплексиметрического и седиметрического титрований**. Установлено, что степень влияния погрешностей измеряемых величин на погрешности параметров аппроксимирующих зависимостей в значительной степени зависит от **константы равновесия реакции титрования** (Кропотов В.А. *Аппроксимация кривых амперометрического титрования логарифмическими зависимостями. Факторы, влияющие на точность комплексиметрического и седиметрического титрований* // ЖАХ. № 1. С.23-28).

(3) Исследовано влияние **погрешностей из-**

мерения pH и дозирования объема титранта на точность кислотно-основного титрования. Установлено, что степень влияния погрешностей измеряемых величин на погрешности параметров аппроксимирующих зависимостей в основном зависит от **силы титруемого электролита** (Кропотов В.А. *Аппроксимация кривых потенциометрического титрования логарифмическими зависимостями. Факторы, влияющие на точность кислотно-основного титрования* // ЖАХ. № 2. С.148-152).

8. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Рассмотрено влияние различных **способов перемешивания** (потоком газа, механической мешалкой, высвобождаемым водородом или вращением рабочего электрода) **на скорость накопления металла на твердом обновляемом электроде**. При подходящих условиях накопления перемешивание имеет минимальное значение для скорости накопления металла, тогда как эффекты электропереноса имеют решающее значение. Значительное возрастание скорости электропереноса по сравнению с конвекционным переносом может быть объяснено, если принять во внимание эффекты возбуждения, связанные с высвобождением водорода (*Некоторые условия накопления в инверсионной вольтамперометрии: влияние перемешивания на скорость накопления металла* / Скворцова Л.И., Тарасова В.А., Александрова Т.П. и др. // ЖАХ. № 4).

(19) Дано сообщение о первом наблюдении **каталитической волны BrO_3^- на ртутном каплющем электроде** при потенциале восстановления **Сг (III) до Сг (II)** в растворе **аммиачного буфера**. Предложенный механизм каталитического процесса включает **аммонийные комплексы Сг (III) и Сг (II)** и их ионные пары с BrO_3^- и усложняется **адсорбцией**. Показано, что следы хрома могут быть определены методом **полярографии** при классических условиях и с помощью **проточно-инжекционного анализа с вольтамперометрическим определением** (*Каталитический поток BrO_3^- и его использование для определения следов хрома* / Фитцев И.М., Торопова В.Ф., Ромаданская Е.В. и др. // ЖАХ. № 5).

(29) Для подготовки **мембраны хлор-селективного электрода** была предложена асимметричная четвертичная соль аммония – **тринонилоктадецил хлорида аммония**. Это позволило увеличить содержание **ионофора** в мембране в пять раз и улучшить эксплуатационные показа-

тели электрода. Представлена методика потенциометрического определения хлора в **сыворотке крови** (Использование хлор-селективного пленочного электрода при анализе сыворотки крови / Рахманько Е.М., Ломако С.В., Ломако В.Л. и др. // ЖАХ. № 5).

(28) Изучено **электрохимическое поведение гексанэтиола** в присутствии и отсутствии **Hg (I)** и **Hg (II)**. Найдено, что ионы ртути повышают чувствительность определения гексанэтиола на 2-3 порядка величины и уменьшают интерферирующий эффект многих неорганических ионов. Разработана методика определения гексанэтиола в присутствии **Hg (I)** и **Hg (II)**. Предел обнаружения в присутствии **Hg (I)** и **Hg (II)** составляет 10^{-13} и $3 \cdot 10^{-13}$ М соответственно (Лейтес Е.А., Медведева И.А. Изучение влияния ртути (I, II) на определение гексанэтиола методом **катодной инверсионной вольтамперометрии** // ЖАХ. № 6).

Орторомбические **монокристаллы KTiOPO_4** предложены в качестве **мембраны для калий-селективного электрода**. Показано, что электрод проявляет высокую **чувствительность** к ионам **щелочных и щелочноземельных металлов**, которая сравнима с чувствительностью электродов на основе **валиномицина**. Высокая чувствительность электрода для калия сохраняется в присутствии рубидия и цезия. Сигнал электрода линеен в области рК от 0 до 5,0 и наклон сигнала электрода близко к теоретическому. Предел обнаружения составил $5,8 \pm 0,2$ рК (Новый калий-селективный электрод с монокристаллической мембраной / Политов Ю.А., Копытин А. В., Пятова Е. Н. и др. // ЖАХ. № 6).

Продemonстрировано, что **механическое обновление серебряного электрода** обрезанием тонкого слоя поверхности (0,5 мкм) имеет преимущество перед его электрохимическим обновлением при определении **сульфид-ионов инверсионной вольтамперометрией**. Метод уменьшает относительное стандартное отклонение измерения аналитического сигнала сульфид-иона на порядок величины. Представлена методика определения **S^{2-} -ионов в растворе** с пределом обнаружения $5 \cdot 10^{-9}$ М и временем накопления 20 минут (Скворцова Л. И., Кирюшов В. Н., Тарасова В. А. Инверсионная вольтамперометрия сульфид-ионов на механически обновляемом серебряном электроде // ЖАХ. № 6.).

На примере анодного **инверсионного воль-**

тамперометрического поведения серебра изучены **электроаналитические свойства углеродных волокон (УВ)**, полученных из разных материалов, после их предварительной **электрохимической обработки (ЭХО)**. Показано, что для получения прямо пропорциональной зависимости максимального тока растворения серебра необходимо проверить ЭХО в растворе, содержащем ионы серебра. Условия активации электрода из УВ определяются как **природой волокна**, так и **температурным режимом** их получения. Чем выше температура получения УВ, тем "жестче" условия ЭХО, необходимые для достижения высокой активности электрода. Лучшие характеристики имеют электроды из углеродного волокна, в меньшей степени окисляющегося при ЭХО (Мунтяну Г.Г. Изучение влияния электрохимической активации микроцилиндрического электрода из углеродного волокна на его амперометрические свойства. Инверсионная вольтамперометрия серебра на углеродных волокнах, полученных из различных материалов // ЖАХ. № 1. С. 47-50).

Разработана методика накопления металла в "жестких" режимах на **твердых обновляемых индикаторных электродах в инверсионной вольтамперометрии**. Исследовано влияние параметров "жесткого" режима накопления (**напряжение накопления V_n , плотность тока, гидродинамика**) на **скорость осаждения** ряда металлов. Показано, что использование высоких значений V_n позволяет резко (на два-три порядка) увеличить скорость осаждения электроактивных металлов. Показано, что в "жестких" режимах накопления на твердых обновляемых электродах сохраняется **воспроизводимость** аналитического сигнала, а также его пропорциональность концентрации металла и времени его накопления ("Жесткие режимы" накопления в инверсионной вольтамперометрии. Свидетельства возможности их использования / Клетеник Ю.Б., Тарасова В.А., Александрова Т.П. и др. // ЖАХ. № 1. С. 51-55).

(7) Рассмотрены возможные **механизмы ускорения процессов накопления металлов (перемешивание при электродного слоя выделяющимся водородом, нагрев электролита, электромиграционные эффекты)** при высоких значениях напряжения **твердого обновляемого электрода**. Установлено, что основной причиной ускорения являются **электромиграционные эффекты**. Показана возможность использования **инверсионной вольтамперометрии** при боль-

ших напряжениях накопления для определения конечной точки в **комплексометрическом титровании металлов** ("Жесткие режимы" накопления в инверсионной вольтамперометрии. Свидетельства доминирования электромиграционных явлений в эффекте ускорения накопления металлов / Клетеник Ю.Б., Тарасова В.А., Александрова Т.П. и др. // ЖАХ. № 1. С.56-60).

9. КИНЕТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

(27) Представлен селективный **спектрофотометрический метод** для определения ультраследовых количеств **Rh (III)**. Указанный метод основан на **каталитическом эффекте Rh (III)** при **окислении Nile голубого периодатом**. Реакция отслеживается спектрофотометрически с помощью возрастания окраски Nile голубого при 630 нм методом фиксированного времени. При времени, взятом равным 4,0 минуты, и при 30°C рабочая область калибровки была 10-850 нг/мл Rh(III) и наблюдаемый предел обнаружения – 8 нг/мл. Не было идентифицировано никаких значительных помех. Ионы родия в синтетических и реальных образцах определялись этим методом с удовлетворительными результатами (Енсафи Али А., Мансур Х. Рахмеев, Чамьянвали М. Араб. Метод скорости спектрофотометрической реакции для определения ультраследов родия с помощью его каталитического эффекта при окислении Nile Blue периодатом // ЖАХ. № 5).

(12,27) Методами ЭПР и ¹H ПМР-спектроскопии изучен механизм **каталитического окисления N-метилдифениламин-4-сульфоуксусной кислоты** в слабых растворах кислоты (10⁻³ М Н₂SO₄). Показано, что **окисление** реагента **периодатом калия** в присутствии **Ru (IV)** проходит через **радикальный механизм**, который включает альтернативные ступени **окисления и восстановления** катализатора. Предложенный механизм каталитического окисления N-метилдифениламин-4-сульфоуксусной кислоты дает теоретические основания для **определения рутения и иридия кинетическими методами**, что было предварительно выведено из экспериментальных данных (Гуменюк А.П., Муштакова С.П. Каталитическое окисление N-метилдифениламин-4-сульфоуксусной кислоты в слабых растворах: изучение методами радиоспектроскопии // ЖАХ. №6).

Реакция **окисления гидроксиламина гексацианоферратом (III)** предложена как **индикаторная** для определения малых концентраций **ионов меди (II)** ($c_{\text{н}}=2 \cdot 10^{-8}$ М) **кинетическим ме-**

тодом. Показана возможность определения ионов **железа (II)**, а также общего содержания ионов железа ($c_{\text{н}}=2 \cdot 10^{-6}$ М) с использованием реакции **окисления гидроксиламина броматом калия, катализируемой ионами Fe (II)**. Для индикации предложено использовать реакцию **бромирования метилового оранжевого**, катализируемую бромидом, образующимся при восстановлении бромат-ионов (Анисимова Л.А., Сунгатова Г.М., Торопова В.Ф. Реакции окисления гидроксиламина как индикаторные для определения ионов меди и железа кинетическим методом // ЖАХ. № 2. С. 141-143).

(22) Разработан **кинетический метод** определения **иодидов**, основанный на их каталитическом действии в реакции **окисления о-дианизидина хлорамином Б** в солянокислой среде с пределом обнаружения $I^- 4 \cdot 10^{-4}$ мкг/мл. Показана возможность применения разработанного метода для определения иодидов в природных водах. **Иодаты и периодаты** не мешают определению иодидов при их совместном присутствии (Шкадаускаене О.П., Шкадаускас Ю.С. Определение иодида по реакции окисления о-дианизидина хлорамином Б в кислой среде // ЖАХ. № 2. С.175-177).

10. ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

(6) Способом **тонкослойной хроматографии на силикагеле** проведено сравнительное изучение **удерживания Ni(II), Fe(II), Co(II,III) и Pd(II) хелатами гетероциклических азонафтолов** [1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН), 1-(2-тиазолилазо)-2-нафтол (ТАН), 1-(5-хлоро-2-пиридилазо)-2-нафтол (Cl-ПАН), 1-(5-бromo-2-пиридилазо)-2-нафтол (Br-ПАН), 1-(5-бromo-2-тиазолилазо)-2-нафтол (Br-ТАН) и 1-(8-квинолилазо)-2-нафтол (КАН)]. Для большинства изученных стационарных фаз и хелатов **подвижность** возрастает в порядке Cl-ПАН<ТАН<ПАН<КАН, который соответствует порядку констант протолиза атомов азота в гетероциклах. Подвижность хелатов Br-ТАН выше, чем у хелатов ТАН. В фазовообращенной высокоэффективной жидкостной хроматографии удерживание возрастает в порядке ПАН<Cl-ПАН<Br-ПАН; ТАН<Br-ТАН, что противоположно порядку удерживания в тонкослойной хроматографии. Очевидно, что растворимость реагентов и хелатов в подвижной фазе определяет их хроматографическое поведение в тонкослойной хроматографии (Басова Е.М., Иванов В.М., Шпигун О.А. Влияние природы лигандов на удержание

гетероциклических азоафтолов и их хелатов в тонкослойной хроматографии // ЖАХ. № 4).

(6) Изучено хроматографическое поведение **Cu(II), Pd(II), Co(II) и Fe(II) хелатов нафтилвисмутол** с помощью **тонкослойной хроматографии на силикагеле**. Выбраны условия для разделения трехкомпонентных смесей хелатов **Pd(Ni) – Co – Cu** с использованием смесей **n-гептана с бензолом (хлороформом или толуолом)**. Это показывает, что удержание удовлетворяет условиям **модели смещения Snyder-Soczewinski** и применимо к смещению одной молекулы бензола (хлороформа или толуола). При высокой концентрации полярных компонентов в жидкой фазе, вероятно, образуются сольваты в пропорции 1:1 (это также справедливо для металлических хелатов 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола и 1-(2-тиазолилазо)-2-нафтола) (*Нафтилвисмутол как реагент для тонкослойной хроматографии металлических хелатов / Басова Е.М., Зангелов Т.Н., Иванов В.М. и др. // ЖАХ. № 4*).

Испытана **газохроматографическая неподвижная жидкая фаза – краун-эфир дибензо-24-краун-8 (10% на Инертоне AW)**. Установлена ее **полярность** по константам Мак-Рейнольдса, **эффективность** приготовленной колонки, **рабочий диапазон температур, перспективность для анализа** полярных высококипящих органических соединений, в том числе содержащих гидроксильные и аминогруппы. Хроматографические характеристики неподвижной фазы на основе дибензо-24-краун-8 сопоставлены с данными для неподвижных фаз дибензо-18-краун-6, Carbowax20M, трикрезилфосфат, SE-30 (*Карцова Л.А., Маркова О.В. Дибензо-24-краун-8 селективная неподвижная фаза в газовой хроматографии // ЖАХ. № 3. С. 256-262*).

(6) Изучены **стационарные (неподвижные) фазы для газовой хроматографии**, приготовленные на основе **4,13-диаза-18-краун-6 (10%) на Inerton AW** и две смешанные неподвижные фазы: **дибензо-18-краун-6-4, 13-диаза-18-краун-6 и дибензо-24-краун-8-4, 13-диаза-18-краун-6**. Определены **эффективность колонок, рабочая область температур и полярность указанных стационарных фаз**, изучено хроматографическое поведение органических соединений с различными функциональными группами. Замечено, что хроматографические фазы, содержащие диаза-макроцикл являются селективными для гидроксилсодержащих соединений

(*Карцова Л.А., Маркова О.В. Стационарные фазы для газовой хроматографии, основанные на 4,13-диаза-1-краун-6 // ЖАХ. № 4*).

(28) Найлены условия для определения **органосфосфорных соединений**, содержащих **остатки аминокислоты** наряду с **карбоксиэстерными группами**. Показаны пути их разложения. Изучено **влияние структуры соединений** на их гидролитическую стабильность (*Иванова Г.Г., Иванов А.А., Шпигун О.А. Определение фосфорзамещенных N-тиолацетил-α-аминокарбоксильных кислот методом ионной хроматографии // ЖАХ. № 4*).

(22) Проведено сравнение наиболее распространенных методов **предварительного концентрирования летучих органических соединений** из водных растворах в **газово-хроматографическом анализе (адсорбция на гидрофобных адсорбентах, жидкостная экстракция и газовая экстракция)** (*Родинков А.В., Москвин Л.Н., Григорьев Г.Л. Сравнительный анализ методов предварительного концентрирования летучих органических соединений из водных растворов // ЖАХ. № 5*).

(22) Предложена методика **реакционно-сорбционного предварительного концентрирования ароматических углеводородных примесей** которая значительно улучшает надежность результатов их идентификации в загрязненном городском **воздухе**. Воздух пропускали через предварительную колонку с адсорбентами и химическими реагентами, которые поглощали примеси полярных соединений, сталкивающимися с основными узлами. Соединения, остающиеся в образце, концентрировали в ловушке с адсорбентом (полидифенилфталидом). После разделения концентрата на **колонке с высокополярной неподвижной фазой** углеводороды можно надежно идентифицировать. При использовании **фотоионизационного детектора** можно определять 0,02 – 1,0 мг/м³ углеводородов в воздухе с относительным стандартным отклонением 24 – 28% (*Котов Г.Н., Конопелько Л.А., Другов Ю.С. Определение ароматических углеводородов в городском воздухе методом газовой хроматографии // ЖАХ. № 5*).

Систематизированы опубликованные данные относительно появления **градиентов pH в жидкостной хроматографии**. Градиенты pH классифицированы согласно методам их появления

и профиля градиента: рассмотрены применения градиентов. В частности, уделено внимание **адсорбентам и неподвижным фазам** для получения внутренних градиентов pH в хроматофокусировке. Обсуждены перспективы использования градиентов pH в аналитической химии (Иванов А.В., Нестеренко П.Н. Появление и применение градиентов pH в жидкостной хроматографии // ЖАХ. № 6).

Предложен обзор современных **методов и инструментария для жидкостной хроматографии** и тенденции их развития в 1991 – 1997 годах. Обзор основан на библиографическом разделе *Journal of Chromatography Bayers Guide of LC-Gc International* и рефератах статей ежегодной Питтсбургской конференции в Соединенных Штатах (Яшин Я. И., Яшин А. Я. Научометрическое изучение состояния современных методов и приборов для жидкостной хроматографии и тенденции их развития // ЖАХ. № 6).

(19) Найдена **корреляция** между **емкостными факторами** веществ, определяемыми при условии анализа в **потоке гелия и водяного пара** на **адсорбенте, модифицированном хелатами металлов** (Слизов Ю.Г., Гавриленко М.А. Корреляция между емкостными факторами алканов при условии проведения анализа на адсорбентах, модифицированных хелатами // ЖАХ. № 6).

Методами **тонкослойной и газожидкостной хроматографии** изучено хроматографическое поведение **мидантана (гидрохлорида 1-аминоадамантана)** и промежуточных продуктов его синтеза. Определены **хроматографические подвижности** этих соединений, **индексы удерживания** веществ на стабильных фазах различной полярности. Исследовано влияние **природы заместителей в адамантильном каркасе** на хроматографическое удерживание (Хроматографическое исследование промежуточных продуктов синтеза мидантана / Курбатова С.В., Моисев И.К., Кудряшов С.Ю. и др. // ЖАХ. № 1. С. 83-86).

Разработан строгий **математический подход** к описанию **кинетики ионохроматографической системы**. Введено понятие **сечения**, позволяющее выразить кинетические характеристики через его аддитивные составляющие. Получены **основные выражения для параметров** пиков полиморфных компонентов, учитывающие случайные неоднородности колоночной загрузки и разбавление элюента вводимой пробой

(Прудковский А.Г., Долгонос А.М. **Теория ионной хроматографии: универсальный подход к описанию параметров пика** // ЖАХ. № 2. С. 118-122).

Изучено влияние природы **газа-носителя** и его **среднего давления в капиллярной колонке** на относительные **величины удерживания (коэффициент емкости, относительное время удерживания и индекс удерживания)** при использовании серии капиллярных колонок, различающихся толщиной слоя неполярной фазы (SE-30) при 100°C, а также при использовании двух колонок, различающихся природой используемой НЖФ (неполярной SE-30 и полярной PEG-20M) при 130°C (Березкин В.Г., Королев А.А., Малукова И.В. Влияние газа-носителя на относительные величины удерживания в газовой хроматографии // ЖАХ. № 2. С. 123-128).

Изучены **хроматографические характеристики обращенной фазы** на основе сферического особо чистого **кремнезема** для разделения **диаминотолуолов и нитробензойных кислот**. Показаны ее преимущества при разделении **ароматических аминов – изомерных диаминотолуолов в системе метанол – буферный раствор и в системе метанол – вода**. В то же время разделения соединений кислотной природы одинаковы на фазах разных типов (Хроматографические свойства **октадецильных фаз** высокой плотности, закрепленных на особо чистом **силикагеле** / Ковальчук Т. В., Левин У., Зайцев В.Н. и др. // ЖАХ. № 2. С. 129-135.).

(22) Показана возможность оптимизации условий **динамического сорбционного концентрирования летучих органических веществ** из водных растворов на основе **теории теоретических тарелок хроматографии**. Предложен адекватный способ расчета **степени извлечения** концентрируемых веществ в зависимости от соотношения объема пробы и хроматографических параметров сорбционной колонки (Родинков О.В., Москвин Л.Н. Выбор оптимальных условий сорбционного концентрирования летучих органических веществ из водных растворов // ЖАХ. № 2. С. 144-147).

(3) Показана эффективная возможность устранения зависимости выходного сигнала системы **ВЭЖХ с электрохимическим детектором** от расхода **подвижной фазы** путем использования **режима нормировки выходного сигнала**

детектора на значение расхода элюента (Владыкин Г.Б., Яшин А.Я. *Повышение воспроизводимости величины сигнала в ионной хроматографии с электрохимическим детектором* // ЖАХ. № 3. С. 237-240).

(8,30) Изучена возможность **амперометрического детектирования комплексов Cu(II), Fe(III) и Ni(II) с 4-(2-пиридилазо)-резорцином (ПАР) после их хроматографического разделения**. Выбраны оптимальные условия амперометрического детектирования металлов. Показана возможность количественного определения металлов с пределами обнаружения (г в пробе) $4,0 \cdot 10^{-9}$ для Cu (II), $2,9 \cdot 10^{-9}$ для Fe(III), $1,1 \cdot 10^{-9}$ для Ni (II) и $s_r = 0,03-0,08$. Разработана методика определения **Cu(II), Fe(III) и Ni(II) в яблочном соке** (Использование амперометрического детектора для определения металлов ион-парной высокоэффективной жидкостной хроматографией / Шаповалова Е.Н., Офицерова М.Н., Прохорова Г.В. и др. // ЖАХ. № 3. С. 308-311.).

11. МАСС-СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

(29) Обсуждено современное состояние **масс-спектрометрии**, на основе экспертизы статей, представленных на 43-й конференции Американского Общества Масс-Спектрометрии. Первоочередными целями развития масс-спектрометрии являются применения в **молекулярной биологии и клинической биохимии**. В молекулярной биологии главной проблемой является расшифровка **структуры биополимеров**: эта проблема была решена в некоторой степени для полимеров и до сих пор не решена для **нуклеиновых кислот**. Двумя главными направлениями являются "on-line" и "off-line" жидкостная хроматография с электрораспылительным масс-спектрометром и лазерная десорбция и ионизация (MALDI). Режим электрораспыления очень часто используется в медицинской биохимии при анализе биологических жидкостей (Архипов Д.В., Галль Л.Н. *Современная методология молекулярной масс-спектрометрии* // ЖАХ. № 6).

12. ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Рассмотрены возможности метода **ядерного магнитного резонанса** (ЯМР) для химического анализа **жидких образцов**. Обсуждены особенности применения метода ЯМР, **преимущества и ограничения** присущие этому методу. Указаны направления преодоления ограничений и примеры анализов, в которых метод ЯМР имеет преимущество перед другими методами химичес-

кого анализа (Федотов М.А. *Возможности метода ядерного магнитного резонанса в аналитической химии растворов неорганических веществ* // ЖАХ. № 1. С. 17-22).

13. РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

(3,22) Предложен способ учета **размера частиц** при **рентгеноспектральном микроанализе** (РСМА) мелких фракций **твердых осадков снегового покрова** размером 1-5 мкм. Расчет поправочных факторов и содержаний определяемых элементов выполнен по **модифицированной биекспоненциальной модели функции распределения излучения по глубине образца** с введением совместной поправки на **эффекты поглощения и атомного номера**. Правильность коррекции на размер частиц оценена по результатам измерения мелких фракций и массивных зерен минерала известного состава. Предлагаемый способ учета размера частиц позволяет существенно снизить погрешность определения элементов при РСМА частиц размерами 1-3 мкм (*Учет размера частиц при рентгеноспектральном микроанализе твердых осадков снегового покрова* / Белозерова О.Ю., Финкельштейн А.Л., Павлова Л.А. и др. // ЖАХ. № 1. С. 29-33).

14. МЕТОДЫ АТОМНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

(29) Исследованы варианты прямого, без применения каких-либо вспомогательных веществ и реактивов или с минимальным их использованием, определения **Mn, Cu, Pb и Hg в крови, моче и волосах методом зеемановской атомно-абсорбционной спектроскопии с высокочастотной модуляцией поляризации с электротермической атомизацией и атомизацией в газоразрядном атомизаторе**. Высокая селективность используемого метода дифференциального абсорбционного анализа позволила определять содержание элементов в **биопробах** в жестком режиме – при наличии существенного **неселективного поглощения**. Результаты, полученные на разных аналитических установках (с электротермической атомизацией и атомизацией в газоразрядном атомизаторе), а также при прямом определении элементов в биопробах и при кислотном разложении последних, находятся в хорошем соответствии (*Прямое определение марганца, меди, свинца и ртути в биопробах методом зеемановской атомно-абсорбционной спектроскопии с высокочастотной модуляцией поляризации* / Ганеев А.А., Вергизова В.С., Дробышев А.И. и др. // ЖАХ. № 1. С. 69-77).

(27) Метод возбуждаемой **лазером флуоресценции в графитовой печи** с использованием интенсифицированной **диодной матрицы** применен для определения ультрамалых количеств **осмия**. Исследованы **спектры флуоресценции осмия** в широком спектральном интервале для пяти возбуждающих переходов из основного состояния. Выбраны оптимальные пары длин волн возбуждения-флуоресценции; предел обнаружения осмия в водном растворе равен 50 пкг (*Определение осмия методом возбуждаемой лазером флуоресценции в графитовой печи в сочетании с интенсифицированной диодной матрицей / Трещев С.Ю., Чекалин Н.В., Тютюнник О.А. и др. // ЖАХ. № 3. С.316-320*).

15. МЕТОД МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

(28) Разработана методика **спектрофотометрического определения азотзамещенных малеимидов (о-толилмалеимеида, р-толилмалеимеида, фенилмалеимеида и р-нитрофенилмалеимеида)** как продуктов гидролиза. Продукты гидролиза наблюдались посредством **кислотного гидролиза** при добавлении 0,1 М НСl к водным растворам изучаемых малеимидов и последовательном нагревании раствора в течение 50 минут при 80-90°C. Представленная процедура не включает синтетические гидроксамовые кислоты и их окрашенные комплексы. Аналитический диапазон составляет 0,1 – 100 мкг/мл; относительное стандартное отклонение не выше 5% (*Исаев Р.Н., Ишков А.В. Спектрофотометрическое определение малеимидов как малеамидных кислот // ЖАХ. № 4*).

(2,3) Рассмотрены возможности проведения **количественного молекулярного анализа** веществ спектральными методами в **видимой и ультрафиолетовой областях без использования стандартных образцов состава**. Показано, что современная экспериментальная техника оптической спектроскопии и методы, развитые для **вычисления электронно-колебательных спектров**, позволяют не только качественно изучать вещества, но также проводить количественные анализы без использования стандартов. Анализ может быть выполнен с использованием **интегральной абсолютной интенсивности** по всей ширине полосы (слабо структурированные спектры) или с использованием **интенсивности отдельных полос и индивидуальных линий** колебательной структуры (тонкоструктурированные спектры). Это позволяет анализировать ве-

щества и их смеси с близкими спектральными свойствами. Ожидаемые погрешности определения концентраций оцениваются не более чем в 30 % при довольно малых количествах вещества, взятых для анализа (≤ 1 мг), и низких концентрациях примесных молекул ($\leq 10^{-4}\%$) (*Баранов В.И., Грибов Л.А. О возможности анализа веществ методами спектроскопии в видимой и ультрафиолетовой областях без использования стандартных образцов состава // ЖАХ. № 4*).

(5) Описан метод **подготовки образца** для записи **электронных абсорбционных спектров нерастворимых химических соединений**. Метод основан на **иммобилизации** изучаемого вещества на **тонких желатиновых слоях** и дает некоторые преимущества перед традиционными методами подготовки образца для спектроскопических измерений. Описана подготовка образца представленным методом для ряда неорганических и координационных соединений (*Михайлов О.В. Желатин-иммобилизованные матрицы как новый материал для записи абсорбционных спектров химических соединений // ЖАХ. № 4*).

Получено **уравнение** для взаимосвязи между термолинзовым **сигналом** и **геометрическими параметрами оптической системы двухлучевого спектрометра** (расстояние между сужениями лучей, камера образца и детектор). **Оптимизация оптической системы** сделана для пределов обнаружения и определения метилилового оранжевого как модельной системы. Это дало возможность понизить эти параметры на порядок величины и расширить область линейной калибровки более чем на порядок (*Проскурин М.А., Аброскин А.Г. Оптимизация параметров оптической системы в двухлучевой термолинзовой спектрометрии // ЖАХ. № 5*).

(23,25) Изучена реакция между эрбием (III) [**Er(III)**] и **2-(5-бромо-2-пиридилазо)-5-диэтиламинофенолом** на предмет выбора оптимальных условий для **комплексобразования**. Этот реагент может быть использован для **спектрофотометрического определения Er(III)** в области концентраций от 0,02 до 1,30 мг/л ($\epsilon = 1,36 \cdot 10^5$ моль $^{-1}$ см $^{-1}$); $\lambda = 581$ нм. Реакция имеет место при pH от 9,0 до 10,9. В присутствии **Тритон X-100**, этот комплекс растворим в воде. Методика успешно применялась для определения Er(III) в **геологических материалах и образцах стекла** (*Чувствительное спектрофотометрическое определение Er(III) в геологических материалах и стеклах с 2-(5-бро-*

мо-2-пиридилазо)-5-диэтиламинофенолом / Д'Анжелло Дж., Фернандес Дж., Мартинез Л. и др. // ЖАХ. № 6).

Изучены и сравнены друг с другом **аналитические свойства комплекса U (VI) с бромопирогаллоловым красным (БПК) в присутствии неионного поверхностно-активного вещества ОР-10 и катионных поверхностно-активных веществ** – бромида кетилпиридина или хлорида бария. Показано, что реакции с участием $BaCl_2$ являются перспективными для прикладных целей. Разработаны **спектрофотометрические методики** для определения следов **ОР-10** (предел обнаружения 0,2 мкг/мл) и **U (VI)** (предел обнаружения 0,05 мкг/мл) в виде соединения U (VI) – БПК – Ba (II) – ОР-10 без его предварительной экстракции (Горенштейн Л. И., Сухан В. В. Взаимодействия в системе U(VI) – бромпирогаллоловый красный – неионное поверхностно-активное вещество – катионный реагент: спектрофотометрическое определение поверхностно-активного вещества ОР-10 и U(VI) без предварительной экстракции // ЖАХ. № 5).

(22) Рассмотрено взаимодействие **2,3-диметил-1-фенил-3-пиразолин-5-один(антипири-н)а с ионами нитратов и нитритов в растворах серной кислоты**. Для одновременного определения NO_3^- и NO_2^- в природной воде разработана методика, основанная на **фотометрических реакциях** исследуемых ионов с антипирином и всестороннем изучении влияний сопутствующих компонентов. Характерными особенностями методики являются: устранение стадии предварительного восстановления нитрата при определении отдельных компонентов в смеси, вычисление их концентраций методом отношения плотностей и возможность фотометрии образцов с использованием растворов сравнения, не содержащих реагента (Торопов Л. И., Мамаева Н. А. Фотометрическое определение ионов нитрата и нитрита с использованием антипирина // ЖАХ. № 6).

Описан простой и высокочувствительный **спектрофотометрический метод** определения роданида и солей азотистоводородной кислоты в ацетонитриле (MeCN). Метод основан на образовании желтых **окрашенных комплексов** в результате реакции SCN^- или N_3^- -анионов с **иодом** при $25 \pm 0,1^\circ C$. **Закон Бэра** соблюдается в области концентраций 0,50 – 24 и 1,5 – 21,2 мкг/мл для SCN^- и N_3^- соответственно. Спектрофотометрический метод разработан для титрования рода-

нида или азид-анионов с иодом в MeCN. Область концентраций, в которой возможно прямое титрование, по оценкам, составляет 0,58 – 25,2 и 1,68 – 22 мкг/мл для SCN^- и N_3^- соответственно. **Константы образования** ($\log K_f$) I_2SCN^- и $I_2N_3^-$ -комплексов рассчитаны спектрофотометрически как $6,60 \pm 0,02$ и $6,02 \pm 0,03$ соответственно. Оценены молярный коэффициент поглощения, чувствительность Санделла, относительное стандартное отклонение и воспроизводимость (Ашур С. Спектрофотометрическое микроопределение роданида и азид-анионов в ацетонитриле с использованием иода // ЖАХ. № 6).

(28) В восьми растворах различной **полярности** изучены **абсорбционные спектры N-2-пиридилмалеинаминовой кислоты**. Найдено, что N-2-пиридилмалеинаминовая кислота проявляет **позитивный сольватохромизм**; ее электронные абсорбционные спектры с увеличением полярности растворителя по нарастающей испытывают **“красное смещение”**. Разработаны методики определения N-2-пиридилмалеинаминовой кислоты в различных растворах (Исаев Р. Н., Ишков А. В., Лобанова Т. В. Использование сольватохромизма в спектрофотометрическом определении N-2-пиридилмалеинаминовой кислоты // ЖАХ. № 6).

Показана возможность повышения **избирательности реакций никеля, кобальта, меди и железа с 4-(2-пиридилазо)резорцином (ПАР)** с использованием метода **производной спектрофотометрии**. Разработана методика одновременного определения кобальта и никеля, кобальта и железа, меди и никеля в **бинарных смесях**, основанная на существовании отдельных экстремумов для комплексов никеля с ПАР (510 нм, dA/dl, 515 нм, d²A/dl²) и суммарном поглощении комплексов никеля и кобальта при 540 нм (dA/dl), а также никеля и меди при 530 нм (d²A/dl²). Для одновременного определения кобальта и железа применена вторая производная, содержащая экстремумы при 515 нм (кобальт) и при 485 нм, отвечающая суммарному поглощению компонентов (Использование производной спектрофотометрии для избирательного определения никеля, кобальта, меди и железа (III) 4-(2-пиридилазо)резорцином в бинарных смесях / Коломиец Л. Л., Пилипенко Л. А., Жмудь И. М. и др. // ЖАХ. № 1. С. 34-36).

(27) Предложен метод определения малых количеств **Cu, Hg, Ag, Au и Pd в виде комплексов с**

тиокетоном Михлера, а также одновременного определения их ионов в смеси по изменению **оптической плотности** после добавления специфических (Химическое дифференцирование в спектрофотометрии комплексов металлов с тиокетоном Михлера / Калинин И.Е., Рябушко В.О., Фалендыш Н.Ф. и др. // ЖАХ. № 1. С.37–41).

(8,25) Разработана экспрессная методика определения **гидразина в воздухе** на уровне $0,05 \text{ мг/м}^3$ ($0,5 \text{ ПДК}$ рабочей зоны), основанная на **хромато-мембранной абсорбции** гидразина в солянокислый раствор и последующем его взаимодействии с **п-диметиламинобензальдегидом**. Устранено мешающее **влияние высших спиртов и ароматических аминов** (Москвин Л.Н., Родинков О.В., Синицына Т.В. Фотометрическое определение гидразина в воздухе с хромато-мембранным концентрированием // ЖАХ. № 1. С.61–63.).

(22) Предложен новый способ определения **фенола**, растворенного в **воде**, с помощью **низкотемпературной спектрофотометрии** (НТСФ). Метод основан на измерении оптической плотности **водно-фенольных растворов** в присутствии **сульфонитразо Р** (СФНР) при -196°C . Изучено влияние природы и концентрации кислот, сопутствующих неорганических и органических соединений на возможность использования НТСФ для определения следов фенола в воде. Разработана методика определения фенола в воде (продолжительность анализа не более 15 мин; предел обнаружения $1,04 \cdot 10^{-4} \text{ моль/л}$ фенола ($s_r=0,09$) (Демин Ю.В., Кварацхели Ю.К., Борисова Л.В. Низкотемпературная спектрофотометрия для быстрого определения фенола в воде // ЖАХ. № 1. С.64–68).

Изучено **фотохимическое восстановление молибдокремневой кислоты** в присутствии **L-арабинозы, D-галактозы, D-глюкозы, D-маннита, дульцита, изосахарина, пентаэритрита, сахарозы**. Определены оптимальные условия реакции фотохимического восстановления молибдокремневой кислоты. Разработаны и опробированы методики фотометрического определения малых количеств D-глюкозы и кремния (Федоров А.А. Фотохимическое восстановление молибдокремневой кислоты и его применение // ЖАХ. № 3. С. 241–245).

(20,19) Создан **двухлазерный термолинзовый спектрметр**, позволяющий проводить высокочувствительное **термооптическое детекти-**

рование в потоке; разработан **алгоритм сбора и обработки данных**. Термолинзовый спектрметр применен для модельного определения **метилового оранжевого** (предел обнаружения 10 нг/мл) и **комплекса хрома (III) с ЭДТА** (предел обнаружения 50 нг/мл). Относительное среднее квадратичное отклонение результатов определения $0,01\text{--}0,02$ (Проскурнин М.А., Аброскин А.Г., Радущкевич Д.Ю. Двухлазерный термолинзовый спектрметр для проточного анализа // ЖАХ. № 1. С. 101–108.).

28 (21) На примере **карбоксиэстераз печени мыши и северного оленя, плазмы крови мыши, бактерий E.coli, пшеницы, жирового тела, кишечника и гемолимфы гусеницы хлопковой** осуществлена оценка возможностей применения карбоксиэстераз для определения некоторых **пестицидов**. Показано, что карбоксиэстеразные методы определения карбофоса, дихлофоса, хлорофоса, параоксона, армина, катапина, кельтана и бензоат-ионов имеют преимущества перед аналогичными холинэстеразными методами (Никольская Е. Б., Кузусева Л. И. Возможность применения карбоксиэстераз в химическом анализе // ЖАХ. № 2. С. 153–158).

(6,27) Найдены оптимальные условия концентрирования **кобальта и палладия** в виде **комплексов с гетероциклическими азосоединениями, иммобилизованными на силикагеле силихром С-120, оптические и спектрофотометрические характеристики комплексов**. Наибольшие различия в цветометрических характеристиках имеют 1-(2-пиридилазо)-2 нафтолаты кобальта (III) и палладия (II). Разработан цветометрический метод раздельного определения $0,03\text{--}0,3 \text{ мкг/мл}$ кобальта и $0,013\text{--}0,13 \text{ мкг/мл}$ палладия, основанный на принципе двухволновой цветометрии (Иванов В.М., Кузнецова О.В., Гринева О.В. Сорбционное концентрирование кобальта и палладия и их раздельное определение в фазе сорбента методами цветометрии и спектроскопии диффузного отражения // ЖАХ. № 3. С.263–267).

18. ТЕСТ-МЕТОДЫ

(15,22) Для определения **остаточного активного хлора** в воде были использованы **N,N-диэтил-п-фенилдиамин и зеленый Биндшельдера**, нековалентно **иммобилизованный на силикагеле** или ионообменнике на силикагелевой основе. Разработаны **тестовые процедуры** для определения $0,05\text{--}3,0 \text{ мг/л}$ хлора с использова-

нием **индикаторных трубок** и для определения 0,005 – 0,1 мг/л хлора с использованием **тестового концентратора с визуальной индикацией**. Чувствительность предложенного способа лучше, чем подобных способов, использующих коммерческие наборы тестов. Методики были проверены при определении остаточного активного хлора в водопроводной воде и в воде бассейнов (Марченко Д.Ю., Моросанова Е.И., Кузьмин Н.М. и др. Тестовые наборы на основе иммобилизованных биндшельдеровского зеленого и N,N-диэтил-р-фенилдиамин для быстрого определения активного хлора в воде // ЖАХ. № 5).

(15,22) Предложены бумаги для **полуколичественного определения меди (II), железа(III), цинка, кадмия, ртути (II), серебра и свинца**. Определение основано на интенсивной окраске, появляющейся после прокачки определенного объема исследуемого раствора через бумагу. **Тестовые системы** включают **осадки диэтилдитиокарбамата свинца, гексацианоферрата(II) меди, дитизонатов меди, цинка и кобальта и сульфида цинка**, иммобилизованных в порах **бумажных фильтров** и способных обменивать исследуемые ионы в данных соединениях с интенсивной и **контрастной окрасками**. Предложена **тестирующая насадка** для прокачки исследуемой жидкости через реактивные бумаги. Она состоит из двух усеченных крутовых конусов, один внутри другого, с проложенной тестовой бумагой. Разработан быстрый тест-метод определения 0,001 – 0,1 мг/л меди (II), 0,01 – 1 мг/л свинца и железа (II), 0,0001 – 1 мг/л цинка и ртути (II) и 0,005 – 1 мг/л кадмия и серебра в сточных и природных водах. Время анализа составило 10 – 15 минут, относительное стандартное отклонение результатов анализа вблизи наименьшего предела обнаружения было не хуже 50 % (Амелин В.Г. Индикаторные бумаги для определения тяжелых металлов в сточных и природных водах // ЖАХ. № 6).

(15,22) Представлено сравнительное исследование **активности и стабильности препаратов пероксидазы хрена**, иммобилизованных на различных бумагах, и их пригодность к определению **ртути (II)**. Разработан **тестовый метод** определения ртути (II) посредством их **ингибирующего влияния на иммобилизованные энзимы** в присутствии **тиомочевины** при реакции **окисления 3,3',5,5'-тетраметилбензидина перекисью водорода** с визуальным наблюдением скорости энзиматического процесса. Предел обнаружения

для ртути (II) составляет 5-10 пкг/мл (относительное стандартное отклонение $\leq 4\%$, $P=0,95$, $n=6$) (Мигунова С. В., Аковбян Н. А., Шеховцова Т. Н. Использование бумаги в качестве подложки иммобилизованной пероксидазы в тест-методе для определения следов ртути (II) // ЖАХ. № 6).

19. ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

(15,28) Предложены новые способы и раскрыты высокопроизводительные процедуры для **проточно-фотометрического определения органических веществ** при образовании **гидроксамата**. Медленные реакции (в случае **кислотных амидов и нитрилов, хлороформа, бромоформа и трихлоруксусной кислоты**) ускорялись **микроволновым излучением** в режиме **on-line** (Непрерывный проточный анализ: определение производных карбоновой кислоты и галогенированных органических соединений со спектрофотометрическим детектированием / Моросанова Е.И., Кузьмин Н.М., Золотов Ю.А. и др. // ЖАХ. № 4).

(15) Предложен новый метод **фотометрического определения для проточно-инжекционного анализа**, основанный на реакциях замещения в системах **металл - комплексный агент - металлохромный индикатор**. Метод заключается в использовании растворов **буфера металла и буфера лиганда** для регулирования от 100% до 0 пропускающей способности фотометрической шкалы согласно принципам **дифференциальной спектрофотометрии**. Показано, что лучшие результаты в **расширении шкалы** спектрофотометрического детектора наблюдались при использовании растворов с низкой буферной емкостью при приблизительно равных молярных концентрациях комплексного агента и индикатора. Положительные и отрицательные пики, зависмые от соотношения между концентрациями металла в металлическом буфере и тестовом растворе, могут быть записаны по отношению к базовой линии (Кузнецов В.В., Ермоленко Ю.В. Проточно-инжекционный анализ, основанный на реакциях замещения и дифференциальной спектрофотометрии // ЖАХ. № 4).

(9,15) Описан **проточно-инжекционный метод**, предназначенный для определения церия, основанный на его **катализирующем эффекте окисления галлоцианина пероксидисульфатом в кислой среде** Проточно-инжекционная система осуществляет **ионообменное разделение** компонентов пробы в несущем транс-

портном потоке. Обесцвечивание галлоцианина при его окислении использовалось для наблюдения реакции методом спектрофотометрии при 524 нм. Исследованы **параметры**, воздействующие на **скорость реакции**. Данным методом Се (IV) можно определять в диапазоне 0,30-10,0 мкг с пределом обнаружения 0,25 мкг. Относительное стандартное отклонение десяти параллельных определений 1,0 мкг Се (IV) составило 1,8 %. Метод использован для определения церия в реальных образцах (Енсифи Али А., Зоморродиан М. *Каталитическое спектрофотометрическое определение церия ионно-обменным разделением совместно с проточно-инжекционной системой* // ЖАХ. № 5).

21. СЕНСОРЫ

(22) Предложено новое, содержащее цеолит, покрытие для **сенсоров поверхностной акустической волны**. Найдено, что **частота** таких сенсоров возрастает при взаимодействии **аммония** с цеолит-содержащим покрытием во влажной атмосфере. Это дает возможность селективного определения аммония на уровне десятых процента в окружающем **воздухе** при влажности более 10% (Шульга А.А., Зуев Б.К., Лонцов В.В. *Цеолит-содержащее чувствительное покрытие для химических газовых сенсоров с поверхностью, обработанной акустической волной* // ЖАХ. № 5).

(8) Рассмотрен метод **модификации энзимосодержащих мембран биосенсоров холинэстеразы** с каликс(4)резорцинолареном. Метод расширяет спектры анализируемых веществ и улучшает **стабильность энзимов в мембранах**. С использованием модифицированного биосенсора предел обнаружения для холина, который уменьшает реакцию биосенсора, составляет $3 \cdot 10^{-4}$ %. Чувствительность определения улучшается с возрастанием pH раствора и уменьшением концентрации ионов натрия (*Потенциометрический холинэстеразный биосенсор с модифицированной мембраной с каликс(4)резорцинолареном* / Евтюгин Г.А., Муслинкина Л.А., Будников Г.К. и др. // ЖАХ. № 4.).

(22) Разработан **пьезоэлектрический сенсор с разветвленным поли(N-2-бутоксикарбонилэтил)этиленминным комплексом хлорида меди (II)**, используемым как чувствительное покрытие, для определения содержания **1,1-диметилгидразина в воздухе**. Изучены основные эксплуатационные характеристики сенсора, оптимизированы его рабочие параметры. В качестве

сигнала использовали скорость изменения частоты. **Предел обнаружения** 1,1-диметилгидразина составил 0,3 ppm при времени анализа 3 мин. **Характеристическая концентрационная кривая** сенсора линейна от 0,3 до 300 ppm (*Пьезоэлектрический сенсор для паров гептила* / Гречников А.А., Могилевский А.Н., Калашникова И.С. и др. // ЖАХ. № 4).

Для анализа промышленных растворов предложена **мультисенсорная система**, включающая **селективные и неселективные сенсоры**. Обработка результатов измерений осуществляется с использованием **"нейронных сетей"**. Показано, что **Cu (II), Pb (II), Sn(II) и BF₄⁻** могут быть **одновременно** определены с относительной погрешностью от 5 до 20 % (*Мультисенсорные системы для анализа промышленных растворов* / Власов Ю.Г., Ермоленко Ю.Е., Легин А.В. и др. // ЖАХ. № 5).

(15,22) Исследована система **ванадий(V)-4-(2-пиридилазо)резорцин-пероксид водорода** при создании **оптического сенсора на ванадий**. Ванадий (V) из слабокислой среды, содержащей H₂O₂, сорбируется на твердой фазе волокнистого материала, наполненного **анионообменником АВ-17**, и затем его определяют 4-(2-пиридилазо)-резорцином по изменению **диффузного отражения**. Предел обнаружения составляет 0,5 мкг/л. Разработана методика определения ванадия в пресных водах (*Швоева О. П., Дедкова В. П., Саввин С. Б. Система 4-(2-пиридилазо)резорцин-пероксид водорода-волокнистый сорбент, наполненный АВ-17, в качестве оптического сенсора на ванадий(V)* // ЖАХ. № 1. С. 42-46).

(8,22) Предложен способ определения ионов **свинца и кадмия в листьях растений**, а также полуколичественной оценки содержания этих металлов в **почвах** с помощью **амперометрического тканевого биосенсора** на основе **листьев огурца**. Изучено влияние ионов свинца и кадмия на процесс **ферментативного гидролиза** цистеина в присутствии L-цистеиндисульфидгидролазы огуречных листьев. Установлено, что ионы этих металлов оказывают **ингибирующее действие** на **фермент метаболизма цистеина**, пропорционально возрастающее с их концентрацией и продолжительностью обработки биочувствительной части биосенсора солями этих металлов. Предел обнаружения кадмия и свинца с помощью предложенного биосенсора $1 \cdot 10^{-8}$ и $3 \cdot 10^{-8}$ соответственно (*Амперометрический биосенсор для опре-*

деления свинца и кадмия / Кремлева Н.В., Медянцева Э.П., Будников Г.К. и др. // ЖАХ. № 2. С.166-170).

(22) Изучено применение **пьезокварцевых сенсоров** с полимерными покрытиями электродов для детектирования **паров фенола в воздухе**. Установлено влияние **природы чувствительного покрытия** на оптимальные условия модифицирования электродов и сорбции фенола. Даны практические рекомендации по применению предлагаемых модифицированных сенсоров в газовом анализе (*Определение фенола в воздухе методом пьезокварцевого микровзвешивания / Кучменко Т.А., Тривунац К.В., Раякович В. Л. и др. // ЖАХ. № 2. С.178-182*).

(15) На основе нетрадиционного подхода к интерпретации **кривых поглощения – pH** полученных из **спектрофотометрических измерений** и обычно используемых для определения **стехиометрических рК_a кислотно-основных индикаторов**, разработан способ **оценки толщины поглощающего слоя в мембранных чувствительных элементах с ковалентно иммобилизованными индикаторами**, которые применяют в качестве **датчиков в pH-оптродах**. Найдено, что в зависимости от геометрических параметров молекулы индикатора эта величина может составлять 2-6 мк. Метрологически оценена достоверность получаемых результатов (*Кузнецов В.В., Якунина И.В. Оценка толщины поглощающего слоя в мембранных оптических сенсорах // ЖАХ. № 3. С.312-315*).

22. АНАЛИЗ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

(15,6) Разработан быстрый и чувствительный **спектрофотометрический метод** определения различных **нефтепродуктов и их смесей в почвах** после **экстракции раствора с гексаном**. Относительное стандартное отклонение составило 10, 8 и 5% для концентраций нефтепродуктов 70, 300 и более чем 600 мг/кг соответственно. Проверены **электронные спектры нефтепродуктов** в области 200-300 нм. Предложены подходы к выбору образцов, основанные на математической обработке спектров (*Серегина И.Ф., Окينا О.И., Кистанов А.А. Спектрофотометрическое определение нефтепродуктов в почве // ЖАХ. №4*).

Предложена новая аналитическая схема определения **суммарного содержания органи-**

ческих веществ в воде, основанная на определении количества кислорода, затраченного на **высокотемпературное окисление органических веществ**, содержащихся в пробе **воды**. **Реализован экспрессный метод**, не требующий предварительной градуировки. Установлены диапазоны концентраций водных растворов органических веществ различных классов, в которых коэффициент корреляции между измеренным значением потребления кислорода и расчетной кислородной окисляемостью близок единице. Показано, что для вод с окисляемостью в интервале 10-500 мг О₂ предлагаемый метод может заменить определение по **химическому потреблению кислорода**, сократив время анализа с 2 ч до 5 мин. **Методика и установка метрологически аттестованы**. Метод применим для анализа **питьевых, природных и сточных вод** (*Зуев Б.К., Кульбачевская Е.В., Тимонина О.К. Аналитические возможности суммарного определения органического вещества в воде с помощью твердоэлектродного анализатора // ЖАХ. № 1. С. 91-94*).

(6,14) Разработана методика определения сурьмы и мышьяка в природных водах, растениях и поваренной соли. Методика основана на предварительном избирательном концентрировании дипропилдитиофосфатов Sb(III) и As(III) из хлоридных растворов методом твердофазной экстракции на патронах ДИАПАК с сорбентом С₁₆. Показана возможность использования микроколонок с этим же сорбентом для концентрирования сурьмы и мышьяка в потоке. В элюате сурьму и мышьяк определяют методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии. Относительное стандартное отклонение при определении сурьмы и мышьяка на уровне 10⁻⁶-10⁻⁴% составляет 0,03 – 0,07 (*Малофеева Г.И., Седых Э.М., Рожкова Л.С и др. Электротермическое и атомно-абсорбционное определения сурьмы и мышьяка после их концентрирования методом твердофазной экстракции // ЖАХ. № 2. С.162-165*).

(6,8) Разработана простая и селективная методика **косвенного ионометрического определения нитрит-иона в водах**, основанная на реакции **окисления иодид-иона нитрит-ионом**. При использовании **динамической газовой экстракции** образующегося в реакции иода при исходной концентрации иодид-иона 250 мг/л и скорости потока газа-экстрагента 50 мл/мин увеличивается чувствительность определения нитрит-иона в интервале 0,1 – 10 мг/л. Оценены воспроизводимость и правильность методики. Отно-

сительное стандартное отклонение не превышает 0,06 (Бибешко Г.И., Нестерина И.М. Косвенное ионометрическое определение нитрит-иона в водах с использованием газовой экстракции // ЖАХ. № 2. С. 196-199).

(3,10) Рассмотрены метрологические характеристики статического варианта **парофазного газохроматографического анализа с пневматическим дозированием проб и электронно-захватным детектированием** и факторы, влияющие на чувствительность и точность результатов. Особое внимание уделено **технике отбора и подготовки пробы** к анализу **парофазного дозирования в хроматограф** и количественному анализу в условиях **нелинейных градуировочных характеристик**. Предлагаемую методику использовали в течение 3 лет для анализа **водопроводной, природной и питьевой воды** в гг. Санкт-Петербурге и Дзержинске (Нижегородская обл.) (Витенберг А.Г., Калмановский В.И., Косткина М.И. и др. Определение летучих галогенированных углеводородов в питьевой и водопроводной воде методом статического парофазного газохроматографического анализа // ЖАХ. № 2. С. 187-195).

(14) Разработана методика **атомно-эмиссионного определения** общего содержания **мышьяка**, в том числе в форме **люизита**, в **воздухе производственных помещений**. После пропускания определенного объема воздуха через **поглотительный сосуд** с концентрированной азотной кислотой последнюю выпаривают в присутствии графитового порошка особой чистоты. Атомно-эмиссионный спектр сухого остатка возбуждают в **дуговом разряде постоянного тока**. При отборе на анализ 1 м³ воздуха можно определять 5·10⁻⁴ мг мышьяка (Атомно-эмиссионное определение суммарного содержания мышьяка в воздухе производственных помещений / Зорин А.Д., Занозина В.Ф., Гаязова И.Н. и др. // ЖАХ. № 2. С. 183-186).

(15) Метод определения **поверхностно-активных веществ (ПАВ) с метиловым синим (МС)** основан на их совместной адсорбции в статических условиях. Установлено, что интенсивность окраски раствора МС, определяемая **фотометрически**, пропорциональна количеству адсорбированного ПАВ. В качестве **адсорбента** для определения катионных ПАВ предложено использовать **силикагель**. Содержание ПАВ находят по градуировочному графику. Метод пригоден для

определения 0,002–1 г/л **четвертичных аммониевых соединений и солей аминов**. Относительная погрешность 6-12%. Предел обнаружения изученных технических ПАВ 0,4 – 8 мг/л (Фотометрическое определение поверхностно-активных веществ в водных растворах метиленового синего и силикагеля / Николенко Н.В., Масюта З.В., Плаксиенко И.Л. и др. // ЖАХ. № 3. С. 268-271.).

(6,15) Изучена **экстракция дихлорэтаном ионного ассоциата кобальта (II) с ионами SCN⁻ и хлоридом нитротетразолового голубого**. Экстракты имеют максимум светопоглощения при 625 нм, молярный коэффициент поглощения 7,6·10³, чувствительность по Сенделу 7,7·10⁻³ мкг см⁻². Оптическая плотность экстракта постоянна при кислотности водной фазы pH 1-8 или 0,01-0,66 М H₂SO₄. Разработана методика **экстракционно-фотометрического определения** (0,10-0,87)·10⁻³% Со в почвах с относительным стандартным отклонением ≤0,02 (Камбурова М., Александров А. Экстракционно-фотометрическое определение кобальта в почвах хлоридом нитротетразолового голубого // ЖАХ. № 3. С. 277-280).

(6,15,19) Найлены условия **концентрирования бериллия на волокнистом сорбенте полиакрилонитрил карбоксилированный полиэтиленполиамин (ПАН-карб-ПЭА) в схеме проточно-инжекционного анализа**. Разработана методика проточно-инжекционного фотометрического определения бериллия при взаимодействии с **арсеназо I** и сорбционным предварительным концентрированием. Предел обнаружения бериллия в **природных водах** соответствует 0,01 мкг/л при продолжительности одного определения 9 мин (Москвин Л.Н., Дрогобужская С.В., Москвин А.Л. Проточное фотометрическое определение бериллия с сорбционным концентрированием на волокнистом сорбенте // ЖАХ. № 3. С. 272-276).

(6,15) Исследована **экстракция смешаннолигандных комплексов диэтиленгликоля (ДЭГ) с ионами металлов и бромтимоловым синим**. Полученные результаты использованы для разработки методики определения ДЭГ в **оборотных и сбросных водах газоперерабатывающих предприятий** (Вилкова О. М., Яншин В. В., Макарова Л. Т. Экстракционно-фотометрическое определение диэтиленгликоля в промышленных водах // ЖАХ. № 3. С. 281-284).

(15) Определение малых концентраций **As, Hg**

и Se в объектах окружающей среды методом **атомно-эмиссионной спектроскопии с индукционно-связанной плазмой** возможно с использованием **генератора гидридов**. Однако условия генерации гидридов разных элементов различаются, что затрудняет одновременное определение As, Hg и Se. В данной работе разработана методика **одновременного определения** этих элементов, не требующая перенастройки оборудования. Указаны оптимальные аналитические параметры, при которых достигнуты пределы обнаружения для ртути 0.76, мышьяка 0.16, селена 0.25 мкг/л (*Определение мышьяка, ртути и селена методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / Лако́та В.Н., Макаревич В.И., Архутик С.С. и др. // ЖАХ. № 3. С. 285-287.*

(10) Проточный парофазный газохроматографический анализ позволяет практически непрерывно контролировать **содержание летучих веществ в потоке жидкости**. Использование этого метода и специальной аппаратуры снижает погрешности, связанные с **отбором и подготовкой пробы** к газохроматографическому определению летучих веществ в разнообразных водных объектах. На примере определения летучих галогенированных и ароматических углеводородов, а также растворенных газов в **водопроводной воде** исследованы аналитические характеристики проточного парофазного анализа с мембранным разделением потоков жидкости и газа. Изучены факторы, влияющие на **чувствительность и точность метода**. В оптимальном режиме работы **мембранного экстрактора** предел обнаружения летучих галогенированных углеводородов сопоставим со статическим парофазным анализом и позволяет использовать его проточный вариант для непрерывного контроля содержания летучих вредных примесей в питьевой и природной воде (*Витенберг А. Г., Новикайте Н. В. Газохроматографическое определение примесей летучих веществ в воде методом проточного парофазного анализа // ЖАХ. № 3. С.300-307.*

(6, 10) Предложен способ **экспрессного** определения **HNO_2 и NO_2** при их совместном присутствии в атмосферном воздухе, основанный на различиях в их поглощении **водными растворами триэтаноламина** при противоточном **хроматомембранном концентрировании и ионохроматографическом определении** (*Москвин Л. Н., Никитина Т. Г. Определение микроконцентраций HNO_2 и NO_2 в атмосферном воздухе методом ион-*

ной хроматографии с хроматомембранным предконцентрированием // ЖАХ. № 3. С.329-334.

23. АНАЛИЗ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

(7,8,21) Разработаны методики **потенциометрического экспресс-определения ртути в минералах** методами **потенциометрического титрования, прямой потенциометрии** с помощью **градуировочных графиков и метода множественных добавок**. Использованы **твердофазные ртутьселективные химические сенсоры** с кристаллической мембраной. Наилучшие результаты (погрешность 2-5%) получены при определении ртути методом потенциометрического титрования (*Ионометрическое определение ртути в кальцитовых породах / Власов Ю.Г., Ермоленко Ю.Е., Колодников В.В. и др. // ЖАХ. № 2. С.200-204.*

24. АНАЛИЗ ПРОДУКТОВ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

(10) Для косвенного детектирования **фуллеренов** в качестве **модификаторов подвижных фаз** исследованы **октадецилсульфатомасляные и трет-бутильные производные фталоцианина**. Показано, что чувствительность определения фуллеренов с косвенным спектрофотометрическим детектированием при 669 нм зависит от природы модификатора, его концентрации в подвижной фазе и температуры колонки. При применении **тетра-4-трет-бутилфталоцианинового комплекса цинка** в качестве модификатора подвижной фазы этилацетат-ацетонитрил (9:1) чувствительность определения C_{60} в два раза выше, чем при непосредственном детектировании (368 нм). **Хроматограммы (669 нм) бензольных экстрактов из графитовой сажи** дают представления об истинном соотношении фуллеренов в продуктах их синтеза и могут быть использованы для быстрого определения соотношения и содержания фуллеренов C_{60} и C_{70} в образцах (*Уварова М. И., Брыкина Г. Д., Шпигун О. А. Производные фталоцианина как модификаторы подвижных фаз для косвенного определения фуллеренов в высокоэффективной жидкостной хроматографии // ЖАХ. № 3. С. 252-255.*

27. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

(6, 15) Исследована **сорбция палладия (II)** сорбентом с химически закрепленными на силикагеле **N-пропил-N'-(1-(2-тиобензтиазол)-2,2',2"-трихлорэтил)мочевинными группами**. Найденны оптимальные условия извлечения палладия (II) из раствора и разработана методика его **сорб-**

ционно-фотометрического определения (Дьяченко Н.А., Трофимчук А.К., Сухан В.В. Сорбционно-фотометрическое определение палладия с помощью кремнеземного сорбента с привитыми *N*-пропил-*N'*-[1-(2-тиобензтиазол)-2,2',2"-трихлорэтил]мочевинными группами // ЖАХ. № 2. С. 159-161).

(18) Разработаны **капельные варианты (экспресс-тесты) каталитических методов** определения субмикроколичеств соединений **рутения, иридия и палладия** с использованием следующих реакций в качестве индикаторных: **окисление о-дианизидина церием (IV)** для количественного определения рутения с пределом обнаружения $2 \cdot 10^{-5}$ мкг, **восстановление церия (IV) нитратом ртути (I) и марганца (III) хлоридионом** для качественного обнаружения до $8 \cdot 10^{-5}$ мкг иридия и до $1 \cdot 10^{-3}$ мкг палладия соответственно. Каждый предлагаемый экспресс-тест селективен по отношению к большинству сопутствующих тяжелых и цветных металлов; обнаружению палладия не мешают 100-кратные количества всех благородных металлов, обнаружению и определению рутения мешает иридий в соотношении, большем, чем 1:1, в таком же соотношении рутений мешает определению иридия. Время, необходимое для качественного обнаружения рутения, иридия и палладия, а также для количественного определения рутения составляет 10-15 и 30 мин соответственно после предварительной 15-20 минутной подготовки растворов (*Капельные варианты (экспресс-тесты) каталитических методов определения субмикроколичеств соединений рутения, иридия и палладия* / Тихонова Л. П., Прохоренко Е. В., Росоха С. В. и др. // ЖАХ. № 2. С. 171-174).

28. АНАЛИЗ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

(10) Разработана методика определения малых количеств **хлорангидридов фосфорной и фосфористой кислот в реакционных смесях и товарном хлориде тионила**, основанная на обработке образцов большим (1000-кратным) избытком этанола и анализе полных эфиров кислот фосфора методом **газовой хроматографии** с использованием **термоионного детектора** (Станьков И.Н., Тарасов С.Н., Поляков С.В. Газохроматографическое определение хлорангидридов фосфорных кислот в тионилхлориде // ЖАХ. № 2. С. 211-213).

Рассмотрены статьи, посвященные **количественному анализу органических соединений**

с кислород- и азотсодержащими функциональными группами. Основной акцент делается на **химическую подготовку** пробы, некоторые методы **измерения аналитического сигнала** и последовательного количественного анализа (Евтушенко Ю.М., Зайцев Б.Е., Иванов В.М. Текущие тенденции в количественном анализе органических соединений с кислород- и азотсодержащими функциональными группами // ЖАХ. № 4).

Представлен **неразрушающий метод** для мониторинга долговременной **стабильности концентраций** компонента в **смеси органических жидкостей** помещенной в герметичные сосуды. Метод основан на измерении **линейного коэффициента ослабления смеси** методом **мультиспектральной рентгеновской компьютерной томографии**. В качестве примера была изучена бинарная смесь этанола и тетрахлорида углерода. Оценена погрешность нового метода. Дано заключение, что метод может быть использован в практике (*Определение концентраций компонентов в смесях органических жидкостей с использованием компьютерной томографии* / Коновалов А.Б., Вологов П.Л., Кочегарова Л.П. и др. // ЖАХ. № 4).

(7) Новый **оксидиметрический метод** количественного определения **алкалоидов**, основанный на **реакции N-оксидирования** с использованием **алифатических дипероксидикарбоновых кислот** в качестве аналитического реагента (Блажеевский Н.Е., Баталов А.И. Оксидиметрическое определение алкалоидов, основанное на реакции N-оксидирования пероксикарбоновыми кислотами // ЖАХ. № 1. С. 87-90).

(10) Предложен **газохроматографический метод** анализа состава технического или образующегося в результате деструкции **О-изобутилового S-2-(N,N-диэтиламино)этилового эфира метилфосфоновой кислоты** (*Газохроматографический анализ О-изобутилового S-2-(N,N-диэтиламино)этилового эфира метилфосфоновой кислоты и сопутствующих примесей* / Станьков И.Н., Поляков С.В., Сергеева А.А. и др. // ЖАХ. № 2. С. 214-218).

(15, 7, 8) Методами **ИК-спектроскопии** и **потенциометрического титрования** исследованы **реакции изоцианатных и фенилуретановых групп арилизоцианатов со вторичными аминами**. Установлено, что скорость реакции изоцианатных групп с диэтиламином практически не зависит от **природы растворителя**. При использовании **протофильных растворителей** последние образуют **ассоциаты с изоцианат-**

ными группами, мешающие определению. Найдены оптимальные условия определения изоцианатных и фенилуретановых групп. Разработаны методики определения массовых долей изоцианатных и фенилуретановых групп в изоцианатах при их совместном присутствии (Евтушенко Ю.М., Зайцев Б.Е., Иванов В.М. *Определение изоцианатных и фенилуретановых групп в изоцианатах* // ЖАХ. № 3. С. 246-251).

(31) Изучены аналитические характеристики определения **а-аминофосфонатов** с помощью препаратов **бутирилхолинэстеразы из сыворотки крови лошади и микробальной карбоксилэстеразы**, стабилизированных включением в водорастворимые полимерные пленки на основе N-фталилхитазана. Показано, что изученные соединения обладают лишь незначительным обратимым ингибирующим действием, однако их окисление электрохимически генерируемым хлором приводит к проявлению необратимого ингибирующего действия, усиливающегося в кислой среде. Применение карбоксилэстеразы, активность которой мало зависит от pH среды и действия ионных эффекторов, позволило в 1,5 – 10 раз снизить пределы обнаружения а-аминофосфонатов (ПО до 10^{-8} М) по сравнению с характеристиками, полученными при использовании холинэстеразы (**Ферментативное определение а-аминофосфонатов с помощью бутирилхолинэстеразы и карбоксилэстеразы** / Евтюгин Г. А., Стойкова Е. Е., Стойков И. И. и др. // ЖАХ. № 3. С. 321-328).

29. АНАЛИЗ БИОЛОГИЧЕСКИХ И МЕДИЦИНСКИХ ОБЪЕКТОВ, ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТОВ

(5,14) Представлен новый способ для **экстракции и предварительного концентрирования селена из биологических образцов в виде оксида селена (IV)**. Методика основана на **сжигании образца в потоке кислорода и пара**. Показано, что селен в различных степенях окисления эффективно отделяется посредством селективного адсорбционного предварительного концентрирования Se (IV) на **силикагеле, модифицированном с аллилтиомочевинной**. Найдено, что использование пара необходимо для достижения максимального выхода селена и улучшения правильности и точности анализа. Предел обнаружения селена составил от $3 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ масс % (*Определение селена в биологических образцах методом атомно-абсорбционной спектроскопии с предварительной экстракцией в газовой фазе*

дистилляцией / Избаш О.А., Данилин Е.С., Карпов Ю.А. и др. // ЖАХ. № 5).

(10,15) Для определения таких **лекарственных веществ, как 4,4'-диаминодифенил сульффон и тетранатрий 4,4'-бис-(3-фенил-1,3-ди-сульфопропиламино)-дифенил сульфонат** в виде их **динитробензоксадиазоловых производных** в сыворотке крови, моче, слюне и желудочном соке, были использованы **спектрофотометрия и высокоэффективная жидкостная и тонкослойная хроматография**. Исследованы и оптимизированы условия определения. Найденный предел обнаружения - $1 \cdot 10^{-6}$ М. Разработанные методики использованы для исследования **кинетики и метаболизма ксенобиотиков в человеческом теле** (*Определение сульфона 4,4'-диаминодифенила и его производных в биологических образцах спектрофотометрией и хроматографией* / Евгеньев М. И., Гармонов С. Ю., Погорельцев В. И. и др. // ЖАХ. № 6).

Разработана методика определения **человеческого иммуноглобулина G** с помощью **конкурентных иммуноиспытаний энзима** с использованием **химически модифицированных полистиреновых дробин** (гранул) (0,63 см в диаметре), содержащих **поверхностные альдегидные группы** в качестве твердой фазы. Общее время анализа составило около 40 минут; аналитическая область для иммуноглобулина G составляет 50 – 3200 нг/мл; относительное стандартное отклонение – не выше 3% (Шманай В.В., Найденов В.Е. *Быстрое определение человеческого иммуноглобулина G посредством испытаний энзима сопряженным иммуносорбентом* // ЖАХ. № 6).

(10,11) Методами **капиллярной газовой хроматографии и хромато-масс-спектрометрии** в двух образцах **эфирного масла Крымского чабера** найдено 44 компонента, из них идентифицировано 33, основным из которых является карвакрол. Сопоставлением состава различных эфирных масел показано, что найденные различия в составе эфирных масел Крымского чабера типичны для данного вида продуктов и связаны с естественными причинами – выращиванием в разные годы, различием в сроках хранения. **Карвакрол, п-цимен и 1,8-цинеол** присутствуют в Крымских маслах в значительных количествах, это обеспечивает их хорошее качество (Мишарина Т.А., Головин Р.В., Белецкий И.В. *Определение летучих компонентов эфирных масел садового чабера методом капиллярной газовой хромато-*

графии // ЖАХ. № 2. С. 219-222).

30. АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ И КОРМОВ

(10) Пектиновые фракции пищи содержат **урониковые кислоты** (главным образом Д-галактурониковая кислота) и нейтральные сахара. Для индивидуального определения пектиновые фракции должны быть гидролизваны до отдельных мономеров. Проведено исследование с целью нахождения оптимальных условий для **кислотного гидролиза** пектиновых фракций на составные части при их определении методом **высокоэффективной жидкостной хроматографии**. Изучаемыми параметрами были количество образца, концентрация кислоты и время гидролиза. Методика была проверена с использованием коммерческого яблочного пектина. Были найдены следующие оптимальные условия: 0,1 г образца, 80% серной кислоты и 4 часа гидролиза или 70% серной кислоты и 6 часов гидролиза. Методика подходит для идентификации и качественного определения структурных компонентов пек-

тиновых фракций пищи и позволяет обнаруживать составляющие, которые обычно не определяются (*Оптимизация условий гидролиза для определения урониковых кислот в фруктах с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии / Месегуэр И., Бошкс М., Пара М.К. Мартинез и др. // ЖАХ. № 5*).

(12) На примере глобулинов семян бобовых показана возможность применения метода **ЯМР ^{113}Cd** для выявления **комплексов нитрата кадмия с пищевыми биополимерами** при различных условиях. При высоком содержании **NaCl** помимо нерастворимого комплекса обнаружено небольшое количество его и в растворе. Найденные подходы позволили провести сравнительную характеристику связывающей способности разных сортов муки бобовых (*О возможности применения метода ЯМР ^{113}Cd для изучения связывания экотоксикантов с пищевыми системами / Курковская Л. Н., Левина И. И., Генкина Н. К. и др. // ЖАХ. № 3. С. 288-291*).

* * * * *